BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



URKUNDE

über die Erteilung des

Patents

Nr. 39 34 772

Bezeichnung: Verfahren zum Deinken von Altpapier

Patentinhaber: Korea Research Institute of Chemical Technology, Daejonjikhal, KR

Erfinder: Eom, Tae Jin, Daejonjikhal, KR; Ow, Steven Say-kyoun, Daejonjikhal, KR

Tag der Anmeldung: 18.10.1989

München, den 21.10.1993

Der Aräsident des Deutschen Patentants

Prof. Dr. Häußer

(51) Int. Cl.5: D 21 C 5/02 C 12 N 1/22



DEUTSCHES

PATENTAMT

Aktenzeichen:

P 39 34 772.9-45

Anmeldetag:

18. 10. 89

Offenlegungstag:

22.11.90

Veröffentlichungstag

21, 10, 93 der Patenterteilung:

innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

30 Unionsprioritāt: 22 33 31

16.05.89 KR 6514/89

(73) Patentinhaber:

Korea Research Institute of Chemical Technology, Daejonjikhal, KR

(74) Vertreter: Lieck, H., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 80538 München (72) Erfinder:

Eom, Tae Jin, Daejonjikhal, KR; Ow, Steven Say-kyoun, Daejonjikhal, KR

(5) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

HORNFECK, Klaus: Flotationshilfsmittel und deren Einfluß auf den Deinking-Prozeß in DE-Z.: Wochenblatt für Papierfabrikation 1982, Nr. 15, \$, 542-544;

(52) Verfahren zum Deinken von Altpapier

DE 39 34 772 C2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Rückgewinnung verwertbarer Zellstoffasern aus holzhaltigem oder holzfreiem Altpapier durch Entfernen von Druckfarbe (Deinking).

Das Entfernen von Druckfarben von Zellstoffasern ist im wesentlichen ein Wasch- oder Reinigungsprozeß, bei dem die Druckfarbe als die Verschmutzung betrachtet wird.

Zum Lösen der Farbpartikel von den Fasern und zum Dispergieren derselben in einem wäßrigen Medium werden zusammen mit Wärme und mechanischer Energie Chemikalien eingesetzt. Die Farbpartikel werden dann entweder durch Waschen oder Flotieren oder durch Anwenden moderner Hybridversahren, in denen die beiden Einzelversahren kombiniert sind, von den Zellstossasrn getrennt.

Die beim herkömmlichen Deinking-Verfahren benutzten Chemikalien sind oberflächenaktive Stoffe mit reinigender Wirkung, durch die Druckfarbe von den Fasern entfernt wird, mit dispergierender Wirkung, um die Farbpartikel zur Verhinderung ihrer erneuten Anlagerung an den Fasern in Dispersion zu halten, und mit schaumbildender Wirkung bei der Schaumflotation von Farbpartikeln.

Übliche oberflächenaktive Stoffe besitzen lange Molekülketten mit einem hydrophoben und einem hydrophilen Ende. Der hydrophobe Teil kann aus einer Fettsäure, einem Fettalkohol. Alkylphenolen oder anderen öllöslichen oberflächenaktiven Stoffen bestehen. Der hydrophile Teil der gewöhnlich zum Deinking benutzten oberflächenaktiven Stoffe besteht aus anionischen Molekülen, z.B. aus Salzen der Carboxyl- oder der Sulfosäure, und nonionogenen Molekülen, wie z.B. polyoxyethylenierten Ketten.

Die bei den Wasch- und Schaumflotations-Deinking-Verfahren gewöhnlich benutzten üblichen oberflächenaktiven Stoffe sind Natrium- und Kaliumsalze der geradkettigen Fettsäure (Seifen), lineares Alkylbenzolsulfonat (LABS), Olefinsulfonat, langkettiger Fettalkohol, polyoxyethylenierte Alkylphenole, Alkylphenolethoxylate und polyoxyethylenierte geradkettige Alkohole.

Größere Nachteile bei der Benutzung dieser oberslächenaktiven Stoffe im Deinking-Versahren sind übermäßige Schaumbildung in den nachgeschalteten Faserbrei-Förderlinien und Einrichtungen zur Papierherstellung. Einige der vorstehend genannten oberslächenaktiven Stoffe sind im Rahmen der Abwässerbehandlung nicht biologisch abbaubar und stellen ein schwerwiegendes Umweltproblem dar.

Beim Deinking-Verfahren mit Schaumflotation wird ein Sammler oder Kollektor zugesetzt, um Druckfarbe zu großen Teilchen zusammenzuballen und sie an den Luftblasen festzumachen. Kollektoren sind erforderlich, damit eine wirkungsvolle Flotation erreicht wird, und sind gewöhnlich anionische langkeitige Fettsäureseife. Fettsäure-Kollektoren werden mit Calciumionen niedergeschlagen, um größere, unlösliche Farb- und Kollektorpartikel zu bilden. Beim Einblasen von Luft in die Flotationsbütten heften sich die zusammengeballten Farbpartikel an die Luftblasen an, steigen zur Oberfläche auf und werden aus dem System abgezogen.

Größere Nachteile des Schwimmausbereitungsversahrens bei Benutzung des Fettsäure-Kollektors sind Pechund Kesselsteinablagerungen in den nachgeschalteten Stoffleitungen und Einrichtungen zur Papierherstellung. Andere Chemikalien, neben den oberflächenaktiven Stoffen, sind Ätznatron. Natriumsilikat, mit Metallionen Chelate bildende Stoffe und Wasserstoffperoxid. Letzteres ist als Bleichmittel hinzuzugeben, um Vergilben des Faserstoffs infolge der Zugabe von Ätznatron zu verhindern und die Weiße der Zellstoffasern zu verbessern.

Die Fortschritte in der heutigen Druck- und Fotokopiertechnik haben dazu geführt, daß bei der herkömmlichen Entfernung von Druckfarbe mittels oberflächenaktiver Stoffe große Schwierigkeiten bei Altpapier entstehen, das mit stark beschichteten, hochpolymerisierten Druckfarben oder solchen für berührungsloses Drucken, z.B. in UV-, Thermo-, Xerox-, Laser- oder Tintenstrahl-Technik, bedruckt wurde. Diese Farben bzw. Tinten enthalten gewöhnlich ausgehärtete Polymerharze, welche Farbpartikel so fest an die Faseroberfläche binden, daß ihre vollständige Ablösung bei der Zerfaserung (Aufschließung) des Altpapiers mit den üblichen Deinking-Chemikalien unmöglich ist. Zu der geringen Wirkung der üblichen Chemikalien kommt hinzu, daß auch übermäßig Wärme und mechanische Energie aufgebracht werden müssen.

Beim herkömmlichen Flotations-Deinkingverfahren für Zeitungs-Altpapier besteht eine größere technische Schwierigkeit darin, daß die in die Faserbündel und zwischen die Fäserchen eingebetteten kleinen Farbpartikel durch eine Wasch- und/oder Flotationsbehandlung nicht entfernt werden können.

Aus HORNFECK, Klaus, "Flotations Hilfsmittel und deren Einfluß auf den Deinking-Prozeß", in DE-Z: Wochenblatt für Papierfabrikation 1982, Nr. 15. Seiten 542 bis 544, ist ein Verfahren zum Deinken von Altpapier bekannt, bei dem das Altpapier in einem Pulver zunächst aufgeschlagen und danach einer Enzymbehandlung unterzogen wird, um es von den Farbpartikeln zu trennen. Anschließend erfolgt eine Weiterbehandlung mit Deinking-Chemikalien, der sich dann die Flotation anschließt. Bei diesem bekannten Verfahren erfolgt somit die Enzymbehandlung nach der mechanischen Zerfaserung des Altpapiers in einem gesonderten Verfahrensschritt und es erfolgt ferner eine Behandlung mit Deinking Chemikalien. Insgesamt enthält dieses bekannte Verfahren eine ganze Reihe von einzelnen Verfahrensschritten, welche die Verfahrensdauer erhöhen.

Aus der DE-PS 287 884 ist es bekannt. Altpapier zum Deinken einer Enzymbehandlung zu unterziehen. Jedoch ist dieses bekannte Verfahren nicht in der Lage, die mit modernen, hochpolymerisierten Druckfarben oder solchen für berührungsloses Drucken aufgebracht mit dem vorstehend genannten neuen Techniken bedruckten Papiere von der Druckfarbe zu befreien.

Aus DE-Buch Papiermacher-Taschenbuch". 3. Aufl. Heidelberg. Dr. Curt Haefner Verlag GmbH 1983. S. 98—101. ist es für die Technologie des Deinking-Prozesses bekannt, das Altpapier zum Ablösen der Druckfarben von den Zellstoffasern bereits im Pulper mit Deinking-Chemikalien zu behandeln, die auch für den Verfahrensschritt der Flotation benutzt werden.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein Verfahren zum Deinken von Altpapier anzugeben, mit dem der Wirkungsgrad des Deinkens, insbesondere unter Berücksichtigung von modernen, hochpolymeri-

DE 39 34 772 C2

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch das in Anspruch 1 und bezüglich vorteilhafter Ausgestaltungen in den Unteransprüchen gekennzeichnete biologische Verfahren zum Entfernen von Druckfarbe aus Altpapier gelöst.

Das erfindungsgemäße Deinking-Verfahren besteht darin, Farbpartikel unter Ausnutzung der biologischen Aktivität bzw. Einwirkung eines Enzyms auf die Oberfläche der Zellulosefaser und der dispergierenden Wirkung von Enzym-Protein auf Farbpartikel zu entfernen.

Unter dem Begriff "Deinking-Chemikalien" sind vorliegend bspw. Alkalien, oberflächenaktive Stoffe oder auch Fettsäure-Kollektoren zu verstehen.

Anders als bei herkömmlichen Verfahren werden keine Alkalien und oberflächenaktive Deinking-Stoffe benötigt, wenngleich einige oberflächenaktive Stoffe zusammen mit dem Enzym benutzt werden können, um die Leistung der Farbpartikelentfernung zu verbessern. Bei der Schwimmaufbereitung bzw. Schaumflotation sind keine Fettsäure-Kollektoren erforderlich. Weil beim Entfernen von Zeitungs-Druckfarbe kein Ätznatron eingesetzt wird, ist auch kein Wasserstoffperoxid-Bleichmittel zur Verhinderung des Gilbens erforderlich.

Die Ausschaltung des Fettsäure-Kollektors bei diesem biologischen Deinking-Verfahren löst das Problem der ständigen Pech- und Kesselsteinablagerung beim herkömmlichen, mit dem Fettsäure-Seifentyp sowie mit Calciumsalzen und Silikaten arbeitenden Flotations-Verfahren.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wird Zeitungs-Altpapier oder bedrucktes holzfreies Altpapier im herkömmlichen Pulper (Stoffdichte 4 bis 7%) oder im Stofflöser für hohe Stoffichte von 12 bis 15% bei einer Wassertemperatur zwischen Raumtemperatur und 60°C aufgeschlossen. Die Enzym-Zugabe beträgt zwischen 0.005% und 5.0%, bezogen auf das Trockengewicht des Altpapiers, und der pH-Wert des Stoffbreis wird im Bereich von 3.0 bis 8.0 gehalten. Verglichen mit dem herkömmlichen Aufschließungsverfahren unter Benutzung von ätzenden und oberflächenaktiven Stoffen, kann die Aufschließung nach dem Enzym-Verfahren nach relativ kurzer Zeit beendet werden, und Farbpartikel werden von der Faseroberfläche vollständig entfernt und gut dispergiert. Die dispergierten Farbpartikel werden aus den Zellstoffasern mit den herkömmlichen Wascheinrichtungen, z.B. Rüttelsieb und Waschtrommel, herausgelöst, ohne daß in einer oder mehreren Stufen wasch- und oberflächenaktive Stoffe mit benutzt werden. Die durch die Wirkung des Enzym-Proteins dispergierten Farbpartikel können auch aus dem verdünnten Faserbrei selektiv mittels herkömmlicher Flotationseinrichtungen entfernt werden, bei denen Luft in den Brei eingeblasen oder angesaugt wird, um Blasen zu erzeugen, welche die Farbpartikel aufnehmen. Bei Zeitungs-Altpapier wird kein Fettsäure-Kollektor benötigt, der jedoch bei mit Lasertechnik bedrucktem Altpapier in kleinen Mengen zugegeben werden kann, um die Leistung der Farbentfernung zu erhöhen.

Dieses biologische Deinking-Verfahren reduziert die Aufschließungsenergie in großem Ausmaß, weil die Enzymzugabe zu einer gegenüber der Aufschließung ohne Enzym beträchtlichen, nahezu 50% betragenden Verringerung der Aufschließungszeit führt.

Im Gegensatz zu dem von HORNFECK beschriebenen Verfahren werden bei der vorliegenden Erfindung die Enzyme bereits in der ersten Verfahrensstufe benutzt, um sowohl die Zerfaserung des Altpapiers, das Aufschließen, als auch die Ablösung der Farbpartikel, das eigentliche Deinken, auszuführen. Somit erfolgt eine weitere beträchtliche Verkürzung der Gesamtverfahrensdauer.

Die festgestellte zeitliche Verkürzung und Vereinfachung der Aufschließung in Gegenwart von Enzym kann zurückgeführt werden auf eine einzigartige biologische Enzymaktivität, welche die Bindung zwischen den Fasern aufhebt und die an der Faseroberfläche ebenso wie in den Faserbündeln oder zwischen den Fäserchen haftenden Farbpartikel ablöst. In der Aufschließungsphase kann es zu einer teilweisen enzymatischen Hydrolyse der Cellulose im Mikrogefüge der Faseroberfläche kommen. Wegen dieser biologischen Enzymaktivität können die in Faserbündeln, Fäserchen und im Fasermehl eingebetteten Farbpartikel entfernt werden, was im Falle von Zeitungs-Altpapier mit den herkömmlichen Deinking-Chemikalien nicht erreicht werden konnte.

Entsprechend diesem biologischen Deinking-Verfahren für Zeitungs-Altpapier ist die Zugabe von Wasserstoffperoxid zur Verhinderung der Fasergilbung nicht erforderlich: daraus ergibt sich eine beträchtliche Senkung der Kosten für Deinking-Chemikalien gegenüber dem herkömmlichen Verfahren zur Druckfarbenentfernung, bei dem Ätznatron. Wasserstoffperoxid, Chelatbildner und Natriumsilikate benutzt wurden.

Es ist festzustellen, daß bei der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Zellstoffaser die mechanischen Festigkeitseigenschaften besser sind als bei dem entsprechenden, nach dem herkömmlichen Verfahren hergestellten Faserstoff, und daß eine sehr viel bessere Weiße des Faserstoffs erzielt wird. Die Enzymzugabe scheint die Faserfestigkeit nicht zu verschlechtern, sondern, im Gegenteil, aus noch unbekannten Grunden zu verbessern.

Beispiel 1

Entiernen von Druckfarbe aus Zeitungs-Altpapier mit einem cellulolytischen Enzym.

Eine Probe Zeitungs-Altpapier wurde in den mit 40°C warmem Wasser gefüllten Pulper bis zu einer Stoffdichte von 4% zugegeben, dem Cellulase mit einer Dosierrate von 0,1%, bezogen auf das ofentrockene Gewicht des Altpapiers, beigegeben wurde. Das Altpapier wurde 10 Minuten lang quellen gelassen und dann während 5 Minuten zerfasert. Nach vollständiger Auflösung des Altpapiers wurde die Hälfte des Faserbreis auf eine Stoffdichte von 1% verdünnt,

Der verdünnte Faserstoff wurde zu einer Luft-Flotationsbütte gefördert; unter Einblasen von Luft durch eine Lochblatte wurden dann die dispergierten Farbpartikel unter Abziehen des Farbpartikelschaums aus der Bütte aus dem Faserstoff entfernt. Die Flotationszeit bis zur vollständigen Entfernung des Farbschaums betrug eine Minute.

The anglery Hölfre den Engersoffe munde auf affer the firm the

55

19/21

Farbpartikel zu entfernen.

20

25

30

45

50

Die durch Flotation und Waschen rückgewonnenen Zellstoffasern wurden nach Weiße und mechanischer Festigkeit bewertet. Um diesen enzymbehandelten entfärbten Faserstoff mit dem nach herkömmlichem Deinking-Verfahren gewonnenen Faserstoff zu vergleichen, wurde die gleiche Probe Altpapier im Pulper unter Zugabe von 1.0% NaOH, 0.3% H₂O₂, 3% Natriumsilikatlösung (Wasserglas) und 0.8% einer handelsüblichen Fettsäureseife sowie 0.2% eines handelsüblichen Dispergiermittels bezogen auf das ofentrockene Gewicht des Altpapiers, behandelt. Die Aufschließungszeit bis zur vollständigen Auflösung betrug 10 Minuten. Nach Verdünnung auf eine Stoffdichte von 1% wurden die dispergierten Farbpartikel nach der Flotations-Methode in einer Laborbütte in der vorstehend beschriebenen Weise entfernt.

Gemäß Tabelle 1 war die Weiße des mit Enzym entfärbten Faserstoffs sehr viel besser als die des mit herkömmlichen Chemikalien entfärbten Faserstoffs, und die mechanische Festigkeit des enzym-entfärbten Faserstoffs war ebenfalls größer als die des Faserstoffs, der mit dem Fettsäure-Kollektor und dem Dispergiermittel entfärbt wurde. Die mikroskopische Untersuchung ergab, daß der gemäß der Erfindung hergestellte Faserstoff einen größeren Langfaseranteil und eine glattere Faserobersläche aufwies und wie mechanisch geringer beschädigt aussah.

Tabelle 1

Eigenschaftsvergleich zwischen rückgewonnenem Faserstoff nach dem erfindungsgemäßen und dem herkömmlichen Verfahren

	Weiße (%)		Index Zugfestig! (Nm/g)	ceit	Index Reißfestig (mNm/g)	keit
	KONP	AONP	KONP	AONP	KONP	AONP
Erfindungsgem. Verfahren	-					
Flotation	47,1	45.2	28.9	32,4	11.7	13.6
Waschen	50,3	48,6	29,3	32,9	11.8	14,1
Fettsäureseife	45.1	38,4	30,1	32.8	10.8	13.1

KONP — koreanisches Zeitungs-Altpapier AONP — amerikanisches Zeitungs-Altpapier

Die Enzymbehandlung ergab mit dem Waschen einen Faserstoff von größerer Sauberkeit und Weiße als beim Flotations-Deinking.

Es scheint, daß durch die Enzymzugabe die Auflösung des Altpapiers in großem Maße beschleunigt wurde. Bei der Aufschließung des Zeitungs-Altpapiers im herkömmlichen Stofflöser bei einer Stoffdichte von 4%, wurde durch Zugabe von 0,5% Enzym die Aufschließungszeit von 5 Minuten (ohne Enzymzugabe) auf 30 Sekunden bei vollständiger Auflösung gemäß Tabelle 2 reduziert.

Tabelle 2

Beziehung zwischen Enzymzugabe und Aufschließungszeit

Enzym (%)	0,5 0,1	0
Auflösungszeit (s)	30 > 60 - 120	300 <

Beispiel 2

Entfernen von Druckfarbe aus Laser-Tabellierpapier mittels eines cellulolytischen Enzyms.

Die vollständige Entfernung von mittels Laserstrahl fixierten Farbpartikeln aus Laser-Alttabellierpapier mittels der herkömmlichen Deinking-Chemikalien ist nahezu unmöglich, weil die Farbpartikel so fest an der Faseroberfläche anhaften, daß alkalische und für das allgemeine Deinking geeignete oberflächenaktive Stoffe in den herkömmlichen Deinking-Chemikalien nicht in der Lage sind, sie abzulösen und im Faserstoff-Wasser-Brei zu dispergieren.

Dem Wasser in einem für hohe Stoffdichte ausgelegten Labor-Stofflöser wurde eine Probe von Laser-Alttabellierpapier bis zu einer Stoffdichte von 12.5% und eine Cellulase mit der Dosierrate von 0,2%, bezogen auf das Papiertrockengewicht, zugegeben. Bei einer Stoff-Wasser-Temperatur von 20 bis 35°C wurde die Aufschließung während 20 Minuten durchgeführt. Der vollständig aufgeschlossene Faserstoffbrei wurde auf 0,5% verdünnt: sodann wurden die dispergierten Farbpartikel aus dem Faserstoffbrei unter Benutzung der Labor-Flotationsbütte in derselben Weise wie in Beispiel 1 entfernt. Um in diesem Falle die Entfärbungsleistung und Selektivität zu erhöhen, wurde vor der Luftflotation eine kleine Menge des herkömmlichen Fettsäure-Kollektors mit 0.3%, bezogen auf das Trockengewicht des Altpapiers, zugegeben. Die Flotationszeit betrug 3 Minuten. Zum Vergleich mit dem enzym-entfärbten Faserstoff wurde Faserstoff in herkömmlicher Weise, jedoch mit anderer Chemikalienzugabe wie folgt entfärbt:

5

15

30

35

40

45

50

DE 39 34 772 C2

0.1% Dispergiermittel, 0,8% Fettsäureseife

Aufschließungstemperatur: 50°C Aufschließungszeit: 30 Minuten

Calciumsalzzugabe in die Flotationsbütte: 200 ppm

Flotationszeit: 3 Minuten.

Die Weiße und die Festigkeitseigenschaften der erhaltenen Faserstoffproben werden in Tabelle 3 verglichen. Gemäß Tabelle 3 zeigt die visuelle Untersuchung der Papierproben, daß beim enzym-entfärbten Faserstoff die Zahl der restlichen Farbpartikel sehr viel — etwa um den Faktor 10 — kleiner und die Zugfestigkeit höher war als bei dem mit den herkömmlichen Chemikalien behandelten Faserstoff.

Der rückgewonnene chemisch behandelte Faserstoff von hoher Güte hinsichtlich Schmutzteilchenzahl und Faser-Festigkeitseigenschaften läßt sich bei Benutzung eines Enzyms in Kombination mit einer kleinen Menge eines Fettsäure-Kollektors nach dem Flotationsverfahren erzielen.

Tabelle 3

Vergleich der Eigenschaften bei nach dem erfindungsgemäßen und nach herkömmlichem Verfahren rückgewonnenem Faserstoff

	Wciße (%)	Verschmutzung (Zahl/Fläche)	Index für Zugfestigkeit (Nm/g)	20
Enzym + Fettsäureseife (0,3%)	79,0	450	34,3	25
Fettsäureseife (90%)	80,6	4330	26,3	
	Beispiel 3			

Entfernen von Druckfarbe aus Zeitungs-Altpapier mittels eines pektinolytischen Enzyms

Nach dem gleichen Verfahren wie in Beispiel 1 wurde das Zeitungs-Altpapier nach Zugabe von 0.1% Pektinase während 10 Minuten bei 40°C quellen gelassen und dann während 5 Minuten zerfasert. Nach Verdünnen des aufgeschlossenen Faserstoffs auf 1%, wurden die Farbpartikel durch Flotation während 1 Minute entfernt.

Gemäß Tabelle 4 ist eine nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Papierbahn hinsichtlich Weiße und Zugfestigkeit verbessert.

Tabelle 4

Vergleich zwischen einem Verfahren mit Benutzung eines pektinolytischen Enzyms und dem herkömmlichen Verfahren.

	Weiße (%)	Index für Zugfestigkeit (Nm/g)
erfindungsgemäßes Verfahren	44,2	33,3
Fettsäureseife (0.8%)	38,4	32,8

Patentansprüche

- 1. Verfahren zum Deinken von Altpapier, mit folgenden Verfahrensschritten:
 - a) Das Altpapier wird in einem Pulper durch Zugabe von Enzymen unter Ausschluß von Deinking-Chmikalien aufgeschlossen,
 - b) anschließend werden die abgelösten dispergierten Farbpartikel durch Flotieren und/oder Waschen aus den Zellstoffasern herausgelöst.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Enzyme Cellulase und/oder Pektinase verwendet.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2. dadurch gekennzeichnet, daß man die Enzyme in einer Menge von 0.005% bis 5% zugibt, bezogen auf das Trockengewicht des Altpapiers.
- 4. Verfahren nach Anspruch 1.2 oder 3. dadurch gekennzeichnet. daß man die Temperatur beim Aufschlie-Ben im Bereich zwischen Raumtemperatur und 60°C hält.
- 5. Verfahren nach Anspruch 1. 2. 3 oder 4. dadurch gekennzeichnet, daß man den pH-Wert beim Aufschließen im Bereich zwischen 3 und 8 hält.

- Leerseite -